

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-040537

(43)Date of publication of application : 10.02.1997

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 07-214272

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 31.07.1995

(72)Inventor : SANO HIROSHI  
HORIUCHI TERUO  
UNO DAISUKE  
ISHIGURO KEIJI

## (54) COMPOSITION FOR ORAL CAVITY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition for oral cavities, good in the use feeling and capable of effectively removing bacterial plaques causing dental caries, periodontal diseases, etc.

SOLUTION: This composition for oral cavities contains granulate cellulose having an average particle diameter of 50-1,000  $\mu$  m, preferably 70-700  $\mu$  m, in a dry state and obtained by granulating water-insoluble cellulose powder having an average particle diameter of 1-50  $\mu$  m in an amount of 0.2-20wt.%, preferably 0.5-10wt.%. The composition further contains conventional abrasive agent, binder, surfactant, medicinally active ingredient, perfume, pigment, etc., and may be prepared into a tooth paste, a liquid dentifrice, a gingival massage cream, a paste local coating agent, etc. Pulp powder, insoluble powder cellulose, powder  $\alpha$ -cellulose, fine crystalline cellulose, pulp, chemically treated insoluble cellulose or other insoluble cellulose substances are used as a raw material for water-insoluble particulate cellulose, and can be granulated by a conventional method.

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1]A constituent for the mouths which blends granulation cellulose with a mean particle diameter of 50-1000 micrometers obtained by corning cellulose powder with an insoluble to water mean particle diameter of 1-50 micrometers 0.2 to 20% of the weight, and is characterized by things.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]Insoluble granulation cellulose is blended with water in this invention. Therefore, a using feeling is good and is related with the constituent for the mouths from which the dental plaque used as causes, such as dental caries and periodontosis, is effectively removable.

[0002]

[Description of the Prior Art]It is known that the cause of the dental caries and periodontosis which are the two major diseases in the mouth will be based on a dental plaque from the former. Then, the dentifrices etc. which blended a germicide, a dental plaque dialytic ferment, etc. for the purpose of removal of a dental plaque or formation control of a dental plaque are developed variously, and are introduced into the commercial scene.

[0003]However, it was difficult to remove enough the gap of a gear tooth and a gear tooth, and the dental plaque in a rill part, and \*\*\*\* and the gingival pocket only by brushing by the toothbrush which uses together with dentifrices and is to the foundations of dental plaque removal. Although there were dental plaque removing tools, such as dental floss and a water pick, in addition to a toothbrush, in all, there was a problem in usability and a removing effect.

[0004]On the other hand, a granule and a capsule are blended with the constituent for the mouths, and the proposal about the constituent for the mouths which gave various functions is made variously. For example, the thing [ coloring matter is blended with granulation, and the phanerosis of the coloring matter is carried out at the time of brushing, and ] aiming at the indicator at the time of the end of toothbrushing (JP,60-16913,A), The thing aiming at a change clever [ under toothbrushing ] which mixes the granular taste ingredient and granular toothbrushing base which were covered with the coating substance (JP,62-116505,A), what blended medicinal properties with granulation and attained stabilization of drugs (JP,48-19738,A.) There are 49-132249, 55-153709, JP,3-271215,A, a thing (JP,1-299211,A, 4-243816 gazette) further aiming at dental plaque removal, etc.

[0005]However, it is not what can satisfy the grade of dental plaque removal within the mouth enough also in which method of the above, And depending on the granulation to blend, sense of incongruity, such as powderiness under use of dentifrices and after use and ZARATSUKI, may arise, and development of the constituent for the mouths which has the further high dental plaque removing effect and a good using feeling is desired.

[0006]In this invention, it was made in view of the above-mentioned situation.

Therefore, a using feeling is good and aims at providing the constituent for the mouths from which the dental plaque used as causes, such as dental caries and periodontosis, is effectively removable.

[0007]

[The means for solving a technical problem and an embodiment of the invention] As a result of repeating examination wholeheartedly to achieve the above objects, by blending with the

constituent for the mouths the granulation cellulose which corns cellulose powder insoluble to water, this invention person could remove the dental plaque effectively with the cleaning power, and did the knowledge of a using feeling becoming good.

[0008]Namely, by the mean particle diameter in dryness corning a cellulose particle with an insoluble to water mean particle diameter of 1-50 micrometers to 50-1000 micrometers, and blending this granulation cellulose at 0.2 to 20% of the weight of a rate to the full weight of a constituent, The dental plaque used as causes, such as dental caries and periodontosis, is effectively removable from the cleaning power which this granulation cellulose has, The sense of incongruity by the powderiness and ZARATSUKI which are produced when it does not corn but cellulose powder with protean powder is used is cancelable, Unpleasant using feelings, such as foreign body sensation when cellulose powder becomes a major diameter too much, were stopped, the inner-mouth feel under use and after use became good, and also granulation cellulose also has the adsorption treatment effect of the dirt in the mouth, or ozostomia, carries out the knowledge of excelling also in safety, and came to make this invention.

[0009]lessening wear of a tooth also proposes these people by blending cellulose powder with an insoluble to water mean particle diameter of 5-1000 micrometers with a constituent for the mouths -- \*\*\*\* (JP,55-98111,A). Even if it uses non-granulation cellulose powder so that clearly from a result of an experiment mentioned later, dental plaque removal performance is not enough, and if particle diameter of cellulose powder becomes large as moreover mentioned above, a using feeling will fall. On the other hand, even if granulation cellulose powder according to this invention has and major-diameter-izes outstanding dental plaque removing ability, it gives a good using feeling.

[0010]Therefore, a constituent for the mouths which this invention blends granulation cellulose with a mean particle diameter of 50-1000 micrometers obtained by corning cellulose powder with an insoluble to water mean particle diameter of 1-50 micrometers 0.2 to 20% of the weight, and is characterized by things is provided.

[0011]Hereafter, if it explains in detail, a constituent for the mouths of this invention comes to blend insoluble granulation cellulose with water, and it can be conveniently used [ per this invention and also ] for it as tooth paste, liquefied toothbrushing, and fluid toothbrushing, gum massage cream, paste state partial paint, etc.

[0012]Although one sort of what carried out the chemical treatment of pulp powder, insoluble powdered cellulose, powder alpha cellulose, microcrystalline cellulose, pulp, and the cellulose to water, and insolubilized them as a raw material of insoluble granulation cellulose in it here, and other insoluble cellulose substances, or two sorts or more are used suitably, It is required for the mean particle diameter to use 1-50 micrometers of 10-40-micrometer things [ 3-45 micrometers of ] still more preferably preferably.

[0013]Granulation cellulose insoluble to water of this invention can manufacture the above-mentioned raw material using a publicly known granulation method, for example, an agitation granulation machine, a fluidized bed granulator, an agitating fluidized bed granulator, etc., and it can be used for it combining one sort of these granular material, or two sorts or more. Namely, the above-mentioned cellulose raw material is required in order for corning to a fixed particle size to demonstrate an effect which was excellent in this invention, If what carried out the chemical treatment of pulp powder, insoluble powdered cellulose, powder alpha cellulose, microcrystalline cellulose, pulp, and cellulose which are granulation cellulose raw materials, and insolubilized them is not corned but it uses for a constituent for the mouths with protean powder, A dental plaque removing effect is inferior, and a problem arises in a using feeling -- powderiness etc. are sensed.

[0014]As for especially a particle size of the above-mentioned granulation cellulose, it is preferred that 50-1000 micrometers of mean particle diameter are 70-700 micrometers at dryness. When mean particle diameter is smaller than 50 micrometers, a dental plaque removing effect is inferior, when larger than 1000 micrometers and it blends with a constituent for the mouths on the other hand, foreign body sensation is produced, and gum is damaged.

[0015]Especially a blending ratio of granulation cellulose may be 0.5 to 10 % of the weight 0.2 to 20% of the weight to the whole quantity of a constituent for the mouths. Unless it fills a blending

ratio to 0.2% of the weight, an effect of this invention cannot fully demonstrate, but if it exceeds 20 % of the weight, a feeling of ZARATSUKI increases and it may have an adverse effect on a using feeling.

[0016]An ingredient currently used for the usual constituent for the mouths can be used for a constituent for the mouths of this invention as ingredients other than the above, and an addition of these ingredients can be made a regular amount in the range which does not bar an effect of this invention.

[0017]For example, although only insoluble granulation cellulose may be used for the above-mentioned water as abrasive soap of toothbrushing, If needed Dibasic calcium phosphate and 2 hydrate and anhydrate, the 1st calcium phosphate, Tribasic calcium phosphate, calcium carbonate, calcium pyrophosphate, aluminium hydroxide, Alumina, a silicic acid anhydride, aluminum silicate, insoluble sodium metaphosphate, one sort, such as the 3rd magnesium phosphate, magnesium carbonate, calcium sulfate, bentonite, zirconium silicate, poly methyl methacrylate, and other synthetic resins, or two sorts or more -- 5- of the whole constituent -- it can blend 10 to 50% especially 60%.

[0018]In the case of paste state constituents, such as tooth paste, As a binder, carrageenin, carboxymethylcellulose sodium, Cellulosics, such as methyl cellulose and hydroxyethyl cellulose, Gums, such as xanthan gum, tragacanth gum, karaya gum, and gum arabic, One sort, such as inorganic binders, such as synthetic binders, such as polyvinyl alcohol, sodium polyacrylate, a carboxyvinyl polymer, and a polyvinyl pyrrolidone, silica gel, aluminum silica gel, veegum, and RAPONAITO, or two sorts or more can be blended.

[0019]For manufacture of paste state, such as toothbrushing, or liquefied dentifrices. One sort, such as sorbitol, glycerin, ethylene glycol, propylene glycol, a 1,3-butylene glycol, a polyethylene glycol, a polypropylene glycol, xylitol, maltitol, and a RAKUCHI toll, or two sorts or more can be blended as a viscous agent.

[0020]In a constituent for the mouths of this invention, menthol, anethole, carvone, eugenol, Limonene, n-decyl alcohol, citronellol, alpha-terpineol, Citronellyl acetate, cineol, linalool, ethyl linalool, WANIRIN, Timor, spearmint oil, peppermint oil, lemon oil, Orange oil, sage oil, rosemary oil, cinnamon oil, pimento oil, Katsura leaf oil, It is independent, or perfume, such as a beefsteak plant oil, wintergreen oil, clove oil, and eucalyptus oil, is combined, and can blend it, and also. saccharin sodium, stevioside, neohesperidyl dihydrochalcone, glycyrrhizin, perilla rutin, thaumatin, and asparagus -- sweetners, such as chill phenylalanine methyl ester and p-methoxy thinner MIKKU aldehyde, etc. can be blended.

[0021]A dextranase, mutanase, a lysozyme, amylase, protease, Enzymes, such as lytic enzyme and super-oxide dismutase, sodium monofluorophosphate, Alkaline metal monofluoro phosphate and sodium fluorides, such as potassium mono-fluorophosphate, Fluorides, such as the 1st tin of fluoridation, tranexamic acid, epsilon aminocaproic acid, Aluminum KURORU hydroxyallantoin, a dihydrocholestanol, Glycyrrhizin acids, glycyrrhetic acid, bisabolol, isopropylmethyl phenol, One sort of active principles, such as glycerophosphate, chlorophyll, cupric gluconate, sodium chloride, a water-soluble inorganic-phosphoric-acid compound, triclosan, cetyl pyridinium chloride, a benzalkonium chloride, and benzethonium chloride, or two sorts or more can be blended.

[0022]As a surface-active agent, an anionic surface active agent, a nonionic surface active agent, and an amphionic surface active agent are used.

[0023]As an anionic surface active agent, specifically Sodium alkylsulfate, such as sodium lauryl sulfate and myristic acid sodium sulfate, N-acyl ZARUKOSHIN acid sodium, such as N-lauroyl ZARUKOSHIN acid sodium and N-myristoyl ZARUKOSHIN acid sodium, Sodium dodecylbenzenesulfonate, hydrogenation coconut fatty acid monoglyceride monosodium sulfate, N-acyl glutamate, such as sodium lauryl sulfosulfate and N-palmitoyl sodium glutamate, N-methyl-N-acyl taurine sodium, N-methyl-N-acyl alanine sodium, alpha olefin sulfone sodium, etc. are used.

[0024]As a nonionic surface active agent, sucrose fatty acid ester, malt sugar fatty acid ester, Sugar fatty acid ester, such as lactose fatty acid ester, maltitol fatty acid ester, Sugar-alcohol fatty acid ester, such as RAKUCHI toll fatty acid ester, polyoxyethylene sorbitan monolaurate,

Polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, such as polyoxyethylenesorbitan monostearate, Polyoxyethylene fatty acid ester, such as polyoxyethylene hydrogenated castor oil, Diethanolamide and myristic acid mono- \*\* lauric acid mono- \*\* Fatty acid diethanolamide, such as diethanolamide, A sorbitan fatty acid ester, polyoxyethylene higher alcohol ether, a polyoxyethylene polyoxypropylene copolymer, polyoxyethylene polyoxypropylene fatty acid ester, etc. are used.

[0025]As an amphiphilic surface active agent, N-lauryl diaminoethylglycine, N-alkyl diaminoethylglycines, such as N-millimeter SUCHIRUJI aminoethyl glycine, N-alkyl N-carboxymethyl ammonium betaine, 2-alkyl 1-hydroxyethyl imidazoline betaine sodium, etc. are used.

[0026]In this case, especially as a surface-active agent, an anionic surface active agent is preferred and sodium alkylsulfate, such as sodium lauryl sulfate, etc. are specifically preferred. In addition -- even if these surface-active agents use one of them independently and they use two or more sorts together, they do not interfere -- the loadings -- usually -- 0.01- of the whole constituent -- it is 0.05 to 3 % of the weight more preferably 5% of the weight.

[0027]Combination or coloring matter can dye various kinds of above-mentioned medicinal properties, perfume, etc. a constituent for the mouths in this invention at the above-mentioned granulation cellulose. In this case, although various certified colors are used as coloring matter, the red No. 2, the red No. 3, the red No. 226, the yellow No. 4, the yellow No. 5, the blue No. 1, the blue No. 2, the blue No. 201, the blue No. 204, etc. are used suitably, for example.

[0028]To a constituent for the mouths in this invention, pulp powder, insoluble powdered cellulose, powder alpha cellulose, microcrystalline cellulose, etc. can also be used together as powdered cellulose insoluble to water in the above-mentioned granulation cellulose.

[0029]

[Effect of the Invention]When the constituent for the mouths of this invention blended insoluble granulation cellulose with water, a using feeling is good and can remove effectively the dental plaque used as causes, such as dental caries and periodontosis.

[0030]

[Example]Although an example and a comparative example are shown and this invention is explained concretely hereafter, this invention is not restricted to the following example. Each % in each example is weight %.

[0031][Example of an experiment] The tooth paste of the following presentation was prepared and the using feeling and the dental plaque removing effect were evaluated in accordance with the following method. A result is shown in Table 1.

Granulation cellulose or microcrystalline cellulose Quantity dibasic calcium phosphate and 2 hydrate shown in Table 1 30% Dibasic-calcium-phosphate and anhydrate 5 glycerin 19 carboxymethyl-cellulose 1.2 saccharin-sodium 0.2 sodium-lauryl-sulfate . 1.3 perfume 1 water

Balance 100%[0032]Valuation-method (1) using feeling: By five panels, brushing by a toothbrush was actually carried out using each above-mentioned dentifrices, and the using feeling under use and after use was judged in accordance with the following standard.

valuation-basis O:fitness \*\*: of a feel in use -- usually -- x: -- \*\*: from which \*\*\*\* of the inner mouth after bad use to Feel O: apply falls -- (2) dental-plaque removing effect: from which \*\*\*\* in which \*\*\*\* applied a little remains, and to x: apply does not fall -- with the dental plaque area before a toothbrushing start for an up-and-down jaw anterior-tooth part. The disclosing solution dyed the dental plaque area after the end of toothbrushing, dental plaque area was measured with the image analyzing device, and the dental plaque extraction ratio was computed from the following formula. The result was judged in accordance with the following standard.

[0033]

[Equation 1]

$$\text{歯垢除去率 (\%)} = \left( 1 - \frac{\text{歯磨終了後の歯垢面積}}{\text{歯磨開始前の歯垢面積}} \right) \times 100$$

Valuation-basis O: The not less than 70% of dental-plaque extraction-ratio \*\*:dental-plaque extraction ratio 40 - 69% x: 39% or less of a dental plaque extraction ratio [0034]

[Table 1]

	本 発 明 品			比 較 品					
	1	2	3	1	2	3	4	5	6
粒状化セルロース 粒 径 ( $\mu\text{m}$ )	500 [40]	250 [25]	150 [15]	40 [6]	1200 [40]	500 [80]	80 [0.7]	—	—
粒状化セルロース 配合量 (%)	2	3	1	0.1	10	0.1	30	—	—
微結晶セルロース 粉 体 ( $\mu\text{m}$ )	—	—	—	—	—	—	—	40	500
微結晶セルロース 配合量 (%)	—	—	—	—	—	—	—	2	—
使 用 中 の 感 触	○	○	○	△	×	△	×	×	×
使用後の口中の感触	○	○	○	×	△	×	×	△	×
歯 垢 除 去 率	○	○	○	×	△	×	○	×	△

注：〔 〕 内は粒状化セルロースの造粒に用いたセルロースパウダー（結晶セルロースを使用）の平均粒径（ $\mu\text{m}$ ）を示す（以下の実施例も同様）。

## [0035][Example 1]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 200 micrometers) [70 micrometers] 5% silicic acid anhydride 15 propylene-glycol 3 sorbitol liquid 25 carboxymethyl-cellulose 1 saccharin-sodium 0.1 sodium lauryl sulfate 1.0 perfume 1.0 water Balance 100%[0036][Example 2]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 250 micrometers) [80 micrometers] 3% aluminium hydroxide 35 propylene-glycol 2 glycerin 20 carboxymethyl-cellulose 1 tranexamic acid 0.01 saccharin-sodium 0.1 sodium lauryl sulfate 0.5 perfume 0.5 water Balance 100%[0037][Example 3]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 150 micrometers) [50 micrometers] 1% microcrystalline cellulose 1 dibasic calcium phosphate and 2 hydrate 40 glycerin 18 xanthan-gum 0.5 sodium polyacrylate 0.8 saccharin-sodium 0.2 sodium-lauryl-sulfate 1.0 perfume 0.8 water Balance 100%[0038][Example 4]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 300 micrometers) [90 micrometers] 2% dibasic calcium phosphate, 2 hydrate 30 dibasic calcium phosphate, and anhydrate 5 glycerin 19 carboxymethyl-cellulose 1.2 saccharin-sodium 0.2 sodium lauryl sulfate 1.3 perfume 1 water Balance 100%[0039][Example 5]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 100 micrometers) [30 micrometers] 1% silicic acid anhydride 16 propylene-glycol 3 glycerin 24 sorbitol 50 xanthan-gum 0.2 sodium polyacrylate 0.2 saccharin-sodium 0.2 sodium lauryl sulfate 1.5 perfume 0.9 water Balance 100%[0040][Example 6]

Granulation cellulose (mean particle diameter of 300 micrometers) [50 micrometers] 3% sorbitol 10 ethanol 5 polyoxyethylene (60 mol) hydrogenated castor oil 0.1 sucrose monopalmitate 0.2 saccharin-sodium 0.2 perfume 0.6 water Balance 100%[0041]As for the result of having evaluated the feel in use, the inner-mouth feel after use, and the dental plaque extraction ratio like the example of an experiment about the constituent of the above-mentioned example, all were O.

[Translation done.]

【物件名】

刊行物 1

刊行物 1

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-40537

(43) 公開日 平成9年(1997) 2月10日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

A 61 K 7/16

識別記号

片内整理番号

F 1

A 61 K 7/16

技術表示箇所

【添付書類】

6  039

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平7-214272

(22) 出願日

平成7年(1995) 7月31日

(71) 出願人

000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者

佐野 浩史

千葉県千葉市花見川区幕張本郷6-12-12-202

(72) 発明者

堀内 照夫

埼玉県狭山市入間川1606-12

(72) 発明者

宇野 大介

千葉県千葉市美浜区真砂4-4-2-207

(72) 発明者

石黒 敏二

埼玉県久喜市青葉1-1-28-402

(74) 代理人

弁理士 小島 隆司

(54) 【発明の名称】 口腔用組成物

(57) 【要約】

【解決課題】 水に不溶な平均粒径1~50 $\mu$ mのセルロース粉末を造粒することによって得られた平均粒径50~1000 $\mu$ mの粒状化セルロースを0.2~20重量%配合してなることを特徴とする口腔用組成物。

【効果】 使用感が良好でかつ、齲蝕・歯周病等の原因となる歯垢を効果的に除去することができる。

(2)

特開平09-040537

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水に不溶な平均粒径1～50 $\mu$ mのセルロース粉末を造粒することによって得られた平均粒径50～1000 $\mu$ mの粒状化セルロースを0.2～20重量%配合してなることを特徴とする口腔用組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、水に不溶な粒状化セルロースを配合することにより、使用感が良好で、かつ齲蝕・歯周病等の原因となる歯垢を効果的に除去できる口腔用組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 従来から、口腔内の二大疾患である齲蝕と歯周病の原因が歯垢によることは知られている。そこで、歯垢の除去或いは歯垢の形成抑制を目的として殺菌剤、歯垢分解酵素等を配合した歯磨剤などが種々開発され、市場に導入されている。

【0003】 しかしながら、歯磨剤と併用し歯垢除去の基本となる歯刷牙によるブラッシングだけでは歯と歯の間隙や裂溝部、歯周・歯肉ポケット内の歯垢を充分除去することが困難であった。また、歯刷牙以外にデンタルフロス、ウォーターピック等の歯垢除去具があるが、いずれも使用性、除去効果に問題があった。

【0004】 一方、口腔用組成物に顆粒剤やカプセルを配合し、種々の機能を付与した口腔用組成物に関する提案が種々なされている。例えば、顆粒に色素を配合してブラッシング時に色素を顕出させ、歯磨終了時のインジケータを目的としたもの（特開昭60-16913号公報）、コーティング物質で被覆した顆粒状呈味成分と顆粒状歯磨ペースを混合して歯磨中の味の変化を目的としたもの（特開昭62-116505号公報）、顆粒に薬効成分を配合し、薬剤の安定化を図ったもの（特開昭48-19738号、同49-132249号、同55-153709号、特開平3-271215号公報）、更には、歯垢除去を目的としたもの（特開平1-299211号、同4-243816号公報）等がある。

【0005】 しかしながら、上記いずれの方法においても口腔内での歯垢除去の程度は充分満足できるものではなく、しかも配合する顆粒によっては歯磨剤の使用後、使用後の粉っぽさやザラツキ等の違和感が生じる場合があり、更なる高い歯垢除去効果と良好な使用感を有する口腔用組成物の開発が望まれている。

【0006】 本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、使用感が良好で、かつ齲蝕・歯周病等の原因となる歯垢を効果的に除去できる口腔用組成物を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】 本発明者は、上記目的を達成するために鋭意検討を重ねた

結果、口腔用組成物に水に不溶なセルロース粉末を造粒してなる粒状化セルロースを配合することにより、その消掃力によって歯垢を効果的に除去でき、かつ使用感が良好となることを知見した。

【0008】 即ち、水に不溶な平均粒径1～50 $\mu$ mのセルロース粒子を乾燥状態における平均粒径が50～1000 $\mu$ mに造粒し、この粒状化セルロースを組成物の全重量に対し0.2～20重量%の割合で配合することにより、該粒状化セルロースの有する消掃力から、齲蝕・歯周病等の原因となる歯垢を効果的に除去でき、また、造粒せず不定形の粉末のままのセルロース粉末を用いた場合に生じる粉っぽさやザラツキによる違和感を解消でき、セルロース粉末が大径となりすぎた場合の異物感等の不快な使用感を抑え、使用中及び使用後の口中の感触が良好となり、更に粒状化セルロースは口腔内の汚れや口臭の吸着除去効果をも有しており、安全性にも優れていることを知見し、本発明をなすに至った。

【0009】 なお、口腔用組成物に水に不溶の平均粒径5～1000 $\mu$ mのセルロースパウダーを配合することにより歯牙の摩擦を少なくすることは本出願人も提案している（特開昭55-98111号公報）が、後述する実験の結果から明らかなように、非造粒セルロースパウダーを用いても歯垢除去性能は充分でなく、しかも上述したように、セルロースパウダーの粒径が大きくなると使用感が低下するものである。これに対し、本発明に従った粒状化セルロースパウダーは優れた歯垢除去能力を有し、大径化しても良好な使用感を与えるものである。

【0010】 従って、本発明は、水に不溶な平均粒径1～50 $\mu$ mのセルロース粉末を造粒することによって得られた平均粒径50～1000 $\mu$ mの粒状化セルロースを0.2～20重量%配合してなることを特徴とする口腔用組成物を提供する。

【0011】 以下、本発明につき更に詳しく説明すると、本発明の口腔用組成物は、水に不溶な粒状化セルロースを配合してなるもので、練歯磨、液状歯磨、液体歯磨、歯肉マッサージクリーム、ペースト状の局所塗布剤等として好適に使用できるものである。

【0012】 ここで、水に不溶な粒状化セルロースの原料としては、パルプ粉末、不溶性粉末セルロース、粉末 $\alpha$ セルロース、微結晶セルロース、パルプ及びセルロース類を化学処理して不溶化したもの、その他の不溶性セルロース物質の1種又は2種以上が好適に用いられるが、その平均粒径が1～50 $\mu$ m、好ましくは3～45 $\mu$ m、更に好ましくは10～40 $\mu$ mのものを使用することが必要である。

【0013】 本発明の水に不溶な粒状化セルロースは、上記原料を公知の造粒法、例えば攪拌造粒機、流動層造粒機、攪拌流動層造粒機等を用いて製造でき、それら粒状物の1種又は2種以上を組合わせて使用できる。即ち、上記セルロース原料は一定の粒度に造粒することが

(3)

特開平09-040537

本発明の優れた効果を発揮させるために必要であり、粒状化セルロース原料であるバルブ粉末、不溶性粉末セルロース、粉末 $\alpha$ セルロース、微結晶セルロース、バルブ及びセルロース類を化学処理して不溶化したものなどを造粒せず不定形の粉末のまま口腔用組成物に用いると、歯垢除去効果が劣ると共に、粉っぽさ等が感じられるなど、使用感に問題が生じる。

【0014】上記粒状化セルロースの粒度は、乾燥状態で平均粒径が50~1000 $\mu$ m、特に70~700 $\mu$ mであることが好ましい。平均粒径が50 $\mu$ mより小さいと歯垢除去効果が劣り、一方、1000 $\mu$ mより大きいと口腔用組成物に配合したとき異物感を生じ、かつ歯肉を傷つける。

【0015】また、粒状化セルロースの配合割合は、口腔用組成物の全量に対し0.2~20重量%、特に0.5~10重量%とする。配合割合が0.2重量%に満たないと本発明の効果が十分に発揮できず、20重量%を超えるとザラツキ感が増し使用感に悪影響を与える場合がある。

【0016】本発明の口腔用組成物には、上記以外の成分として通常の口腔用組成物に使用されている成分を用いることができ、これらの成分の添加量は、本発明の効果を妨げない範囲で通常量とすることができる。

【0017】例えば、歯磨剤の研磨剤としては、上記水に不溶な粒状化セルロースのみを用いてもよいが、必要に応じ、第2リン酸カルシウム、2水和物及び無水和物、第1リン酸カルシウム、第3リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、硫酸カルシウム、ベントナイト、ケイ酸ヅルコニウム、ポリメタクリル酸メチル、その他の合成樹脂等の1種又は2種以上を組成物全体の5~60%、特に10~50%配合し得る。

【0018】また、練歯磨等のペースト状組成物の場合には、粘結剤としてカラゲナン、カルボキシメチルセルロースナトリウム、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースなどのセルロース誘導体、キサンタンガム、トラガントガム、カラヤガム、アラビアガムなどのガム類、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドンなどの合成粘結剤、シリカゲル、アルミニウムシリカゲル、ビーガム、ラボナイトなどの無機粘結剤等の1種又は2種以上を配合し得る。

【0019】更に、歯磨剤などのペースト状や液状歯磨剤の製造には、粘潤剤としてソルビット、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、キシリトール、マルチトール、ラクチトール等の1種又は2種以上を配合し得る。

【0020】本発明の口腔用組成物には、メントール、アネトール、カルボン、オイゲノール、リモネン、 $n$ -デシルアルコール、シトロネロール、 $\alpha$ -テルピネオール、シトロネリルアセート、シネオール、リナロール、エチルリナロール、ワニリン、チモール、スベアミント油、ペパーミント油、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー油、桂皮油、ビメント油、桂葉油、シソ油、冬緑油、丁字油、ユーカリ油等の香料を単独で又は組合わせて配合し得るほか、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、ネオヘスペリジリジヒドロカルコン、グリチルリチン、ペリラルチン、ソーマチン、アスパラチルフェニルアラニンメチルエステル、 $p$ -メトキシシシナミックアルデヒド等の甘味料などを配合し得る。

【0021】更に、デキストラナーゼ、ムタナーゼ、リゾチーム、アミラーゼ、プロテアーゼ、溶菌酵素、スーパーオキシドディスムターゼ等の酵素、モノフルオロリン酸ナトリウム、モノフルオロリン酸カリウム等のアルカリ金属モノフルオロフォスフェートやフッ化ナトリウム、フッ化第1錫等のフッ化物、トラネキサム酸、イブシロンアミノカプロン酸、アルミニウムクロロヒドロキシアラントイン、ジヒドロコレステロール、グリチルリチン酸類、グリチルレチン酸、ビスボロール、イソプロピルメチルフェノール、グリセロフォスフェート、クロロフィル、グルコン酸銅、塩化ナトリウム、水溶性無機リン酸化合物、トリクロサン、セチルピリジニウムクロライド、塩化ベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム等の有効成分の1種又は2種以上を配合し得る。

【0022】また、界面活性剤としては、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤及び両性イオン界面活性剤が用いられる。

【0023】具体的には、アニオン界面活性剤としてラウリル硫酸ナトリウム、ミリスチン酸硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸ナトリウム、 $N$ -ラウロイルザルコシン酸ナトリウム、 $N$ -ミリスチルザルコシン酸ナトリウム等の $N$ -アシルザルコシン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、水素添加ココナッツ脂肪酸モノグリセリドモノ硫酸ナトリウム、ラウリルスルホ酢酸ナトリウム、 $N$ -パルミトイルグルタミン酸ナトリウム等の $N$ -アシルグルタミン酸塩、 $N$ -メチル- $N$ -アシルタウリンナトリウム、 $N$ -メチル- $N$ -アシルアラニンナトリウム、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸ナトリウムなどが用いられる。

【0024】ノニオン界面活性剤としては、ショ糖脂肪酸エステル、マルトース脂肪酸エステル、ラクトース脂肪酸エステル等の糖脂肪酸エステル、マルチトール脂肪酸エステル、ラクチトール脂肪酸エステル等の糖アルコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エス

(4)

特開平09-040537

テル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油等のポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ラウリン酸モノ又はジエタノールアミド、ミリスチン酸モノ又はジエタノールアミド等の脂肪酸ジエタノールアミド、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン脂肪酸エステルなどが用いられる。

【0025】両性イオン界面活性剤としては、N-ラウリルジアミノエチルグリシン、N-ミリスチルジアミノエチルグリシン等のN-アルキルジアミノエチルグリシン、N-アルキル-N-カルボキシメチルアンモニウムベタイン、2-アルキル-1-ヒドロキシエチルイミダゾリンベタインナトリウムなどが用いられる。

【0026】この場合、界面活性剤としては、特にアニオン界面活性剤が好ましく、具体的にはラウリル硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸ナトリウムなどが好適である。なお、これらの界面活性剤はその1種を単独で用いても2種以上を併用しても差し支えなく、その配合量は通常組成物全体の0.01~5重量%、より好ましくは0.05~3重量%である。

【0027】本発明における口腔用組成物には、上記粒

粒状化セルロース又は微結晶セルロース  
第2リン酸カルシウム・2水和物  
第2リン酸カルシウム・無水和物  
グリセリン  
カルボキシメチルセルロース  
サッカリンナトリウム  
ラウリル硫酸ナトリウム  
香料  
水

表1に示す量

30%

5

19

1.2

0.2

1.3

1

バランス

100%

#### 【0032】評価方法

(1) 使用感：パネル5名により、実際に上記各歯磨剤を用いて歯ブラシによるブラッシングを実施し、使用中及び使用後の使用感を下記基準に従い判定した。

##### 使用中の感触の評価基準

○：良好

△：普通

×：悪い

##### 使用後の口中の感触

○：ぬるつきが落ちる

△：ややぬるつきが残る

×：ぬるつきが落ちない

(2) 歯垢除去効果：上下顎前歯部を対象とし、歯磨開始前の歯垢面積と、歯磨終了後の歯垢面積を歯垢顕示液

状化セルロースに各種の上記薬効成分、香料等を配合或いは色素で染色することができる。この場合、色素としては種々の法定色素が用いられるが、例えば赤色2号、赤色3号、赤色226号、黄色4号、黄色5号、青色1号、青色2号、青色201号、青色204号等が好適に用いられる。

【0028】なお、本発明における口腔用組成物には、上記粒状化セルロースに、水に不溶な粉末セルロースとしてパルプ粉末、不溶性粉末セルロース、粉末αセルロース、微結晶セルロース等を併用することもできる。

【0029】

【発明の効果】本発明の口腔用組成物は、水に不溶な粒状化セルロースを配合したことにより、使用感が良好で、かつ、齲蝕・歯周病等の原因となる歯垢を効果的に除去することができる。

【0030】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、各例中の%はいずれも重量%である。

【0031】【実験例】下記組成の練歯磨を調製し、下記方法に従い使用感及び歯垢除去効果を評価した。結果を表1に示す。

で染色し、画像解析装置にて歯垢面積を測定し、下記式より歯垢除去率を算出した。結果は下記基準に従い判定した。

【0033】

【数1】

$$\text{歯垢除去率 (\%)} = \left(1 - \frac{\text{歯磨終了後の歯垢面積}}{\text{歯磨開始前の歯垢面積}}\right) \times 100$$

#### 40 評価基準

○：歯垢除去率70%以上

△：歯垢除去率40~69%

×：歯垢除去率39%以下

【0034】

【表1】

(5)

特開平09-040537

	本 発 明 品			比 較 品					
	1	2	3	1	2	3	4	5	6
粒状化セルロース 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	500 [40]	250 [25]	150 [15]	40 [6]	1200 [40]	500 [80]	80 [0.7]	-	-
粒状化セルロース 配合量 (%)	2	3	1	0.1	10	0.1	30	-	-
微結晶セルロース 粉末 ( $\mu\text{m}$ )	-	-	-	-	-	-	-	40	500
微結晶セルロース 配合量 (%)	-	-	-	-	-	-	-	2	-
使用中の感触	○	○	○	△	×	△	×	×	×
使用後の口の中の感触	○	○	○	×	△	×	×	△	×
歯垢除去率	○	○	○	×	△	×	○	×	△

注：〔〕内は粒状化セルロースの造粒に用いたセルロースパウダー（結晶セルロースを使用）の平均粒径（ $\mu\text{m}$ ）を示す（以下の実施例も同様）。

## 【0035】【実施例1】

粒状化セルロース（平均粒径200 $\mu\text{m}$ ）〔70 $\mu\text{m}$ 〕	5%
無水ケイ酸	15
プロピレングリコール	3
ソルビット液	25
カルボキシメチルセルロース	1
サッカリンナトリウム	0.1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.0
香料	1.0
水	バランス
	100%

## 【0036】【実施例2】

粒状化セルロース（平均粒径250 $\mu\text{m}$ ）〔80 $\mu\text{m}$ 〕	3%
水酸化アルミニウム	35
プロピレングリコール	2
グリセリン	20
カルボキシメチルセルロース	1
トラネキサム酸	0.01
サッカリンナトリウム	0.1
ラウリル硫酸ナトリウム	0.5
香料	0.5
水	バランス
	100%

## 【0037】【実施例3】

粒状化セルロース（平均粒径150 $\mu\text{m}$ ）〔50 $\mu\text{m}$ 〕	1%
微結晶セルロース	1

(6)

特開平09-040537

第2リン酸カルシウム・2水和物	40
グリセリン	18
キサンタンガム	0.5
ポリアクリル酸ナトリウム	0.8
サッカリンナトリウム	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.0
香料	0.8
水	バランス
	100%

## 【0038】【実施例4】

10

粒状化セルロース（平均粒径300 $\mu$ m）〔90 $\mu$ m〕	2%
第2リン酸カルシウム・2水和物	30
第2リン酸カルシウム・無水和物	5
グリセリン	19
カルボキシメチルセルロース	1.2
サッカリンナトリウム	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.3
香料	1
水	バランス
	100%

## 【0039】【実施例5】

粒状化セルロース（平均粒径100 $\mu$ m）〔30 $\mu$ m〕	1%
無水ケイ酸	16
プロピレングリコール	3
グリセリン	24
ソルビット	50
キサンタンガム	0.2
ポリアクリル酸ナトリウム	0.2
サッカリンナトリウム	0.2
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
香料	0.9
水	バランス
	100%

## 【0040】【実施例6】

粒状化セルロース（平均粒径300 $\mu$ m）〔50 $\mu$ m〕	3%
ソルビット	10
エタノール	5
ポリオキシエチレン（60モル）硬化ヒマシ油	0.1
ショ糖モノパルミテート	0.2
サッカリンナトリウム	0.2
香料	0.6
水	バランス
	100%

【0041】上記実施例の組成物について、実施例と同様にして使用中の感触、使用後の口中の感触、歯垢除去率を評価した結果はいずれも○であった。